

B: - Anlage.

3446 - 30/5.01 - 29

Herrn Dir. Alberts.

000248

Betr. Thorium-Kieselgur-Proben der Firma Etablissements
Kühlmann, Paris.

Das von der Firma Kühlmann am 9.3.36 zur Erprobung über-
sante Thorium-Hydro-Carbonat und Thorium-Nitrat erwies sich
während eines über 600 Stunden durchgeführten Synthesever-
suches als zur Kontaktherstellung brauchbar. Sowohl die Ausbeu-
te, wie auch der Kontraktionsverlauf war normal.

Die zur gleichen Zeit gelieferte Kieselgur-Probe wurde
als Grundlage eines normalen Cobalt-Thorium-Kontaktes auch
über 600 Stunden im Synthese-Versuch untersucht. Sowohl Kon-
traktion wie auch Ausbeute waren in den ersten 300 Betriebs-
stunden normal, doch sank nach dieser Zeit die Aktivität des
Kontaktes rasch ab. Ein Verhalten, das auch schlechte deutsche
Kieselgursorten zeigen.

In dem hohen Calciumoxydgehalt und Glühverlust liegt die
Hauptverschiedenheit von den von uns verwandten Kieselgursor-
ten S 11 und 120.

Analysen:

	<u>S 11:</u>	<u>120:</u>	<u>Kühlmann:</u>
SiO ₂	93,3	94,7	62,87
Fe ₂ O ₃	0,8	2,11	0,97
Al ₂ O ₃	0,5	1,93	2,40
CaO	0,26	0,66	10,78
MgO	0,7	0,19	0,91
Trockenverlust b. 110	4,0	0,09	8,63
Glühverlust	8,0	0,11	21,53

Ddr. He. Dipl. Ing. Willke.

J

Brauchbar sind nur einige Sorten der Vergt. Dtsch. Kieselgurwerke und der Britischen Industrie, welche bei letzterer Firma von den Vergt. Dtsch. Kieselgurwerken bezieht. Da für die Grosslieferung nur Kieselgurarten in Frage kommen, die aus der grünen Schicht gewonnen werden, wurde nach Vorversuchen vor allem mit der Guren No. 120, 90, 8 und 12 8 (siehe Aktennotiz v. 7. 3. 1939) Untersuchungen durchgeführt. Die Vorbehandlung sind die Sorten No. 120, 8 und 90 brauchbar.

Die Gur No. 90 zeigt aber nach rd. 40 Betriebsstunden starkes Nachlassen der Aktivität. Besser bewährte sich No. 120. Nach Rücksprache mit Herrn Dir. Phillips von den Vergt. Dtsch. Kieselgurwerken wurden von verschiedenen Gruben Proben der Sorten No. 120 und 12 8 hergestellt. Die 4 Proben No. 120 sind bis jetzt als gleich brauchbar befunden worden, während die Proben 12 8 sehr schlechte Ergebnisse zeigten, obwohl sie aus den gleichen Gurarten wie die Proben No. 120 hergestellt sind, nur mit dem Unterschied, dass sie ohne Glühung bei 1000° durch Eindichtung aus der Ausgangsgur gewonnen werden. Versuche mit der Kieselgur No. 90 die auf unseren Wunsch nochmals windgesichtet wurde, führte zu keinen besseren Ergebnissen hinsichtlich der Dauerwirkung.

Mit abgeänderte Fällungsort, Zusatz der verschiedenen Kieselgurarten nach der Fällung der Nitrate, erbrachte keine Änderung der bisher vorliegenden Ergebnisse.

Eine Vorbehandlung der Kieselgur durch Auskochen mit Wasser, Sodaaesung oder verd. Salpetersäure wurde mit No. 90 und 120 durchgeführt. Dabei wurden Substanzverluste von 2, 4, 5 und 3,5% festgestellt. Kontaktversuche mit diesen so vorbehandelten Guren müssen aber über längere Zeit durchgeführt sein, um ein Urteil zu erlauben.

Die bisher ausgeführten Versuche mit der Kieselgurarte No. 120 sind über 300 Stunden durchgeführt und ergaben noch loo gr. flüss. Produkte. Ein abschließendes Urteil über die Verwendbarkeit der 4 verschiedenen Sorten No. 120 kann erst abgegeben werden, wenn diese Einzelproben ihre gute Dauerwirkung bewiesen haben.

b.) ~~anderer~~ Kontaktträger.

Als Kontaktträger wurden Graphit, Holzkohle, Aktivkohle, Bleicherde ST der Fa. Goldschmidt, A.-G., Essen und Schlackenwolle der Gelsenkirchener Bergwerks A.-G., versucht. Mit Bleicherde wurde

ein Kontakt von sehr geringer Aktivität erhalten (Anfangskontraktion 15 %). Aktivkomme als Grundlage ist etwas besser, aber selbst die von der Durgi u.-G. angebotene Kohle E6 ergibt nur über die ersten Betriebsstunden keine Kontraktionen. Fast besser noch verhält sich gewöhnliche Holzkohle und Graphit. Im Dauerbetrieb versagen aber all die oben angeführten Stoffe vollständig.

c.) Veränderung der Kontaktausgangseinsetzung.

Zur Zeit werden Kontakte mit weniger als 1% ThO₂-Zusatz versucht. Nach früheren Versuche ist eine Erniedrigung des Thoriumgehaltes ohne schädigenden Einfluss auf die Aktivität wahrscheinlich.

4.) Fällung und Auswaschung.

a.) Fällung.

Nachdem gezeigt wurde, dass das Kochen der Kieselgur in der Sodaaesung stark schädigende Wirkung auf die Aktivität des Kontaktes hat, -- nach 2 Minuten langem Kochen wurden 53 %, nach 10 Minuten 38 % als Höchstkontraktion erreicht, nach 20 stündigen Kochen war der Kontakt vollständig inaktiv, -- wurde die Fällungsmethode so/ abgeändert, dass die Kieselgur erst nach der Fällung in den aufgeschichteten Tieferenschling gegeben wurde. Durch mehrere Versuche konnte dann gezeigt werden, dass bei Anwendung dieser Fällungsmethode selbst nach 70 Minuten langem Kochen keine Schädigung der Aktivität eintrat. Versuche über 5, 10, 15 und 30 Minuten Kochzeit zeigen über 300 Betriebsstunden ausgedehnt, keine Unterschiede. Endkontraktion nach dieser Zeit 78 - 80%, Ausbeute über 100 gr. flüss. Produkte.

Diese Abänderung der Fällung ermöglicht also die Fällung und Absaugung über längere Zeit auszudehnen.

b.) Auswaschung.

Das Reaktionswasser der Synthese ist ohne Vorbehandlung zur Auswaschung des Kontaktes geeignet, d.h. die so hergestellten Kontakte zeigten gute Aktivität, doch erhebt sich die Frage, ob im Dauerbetrieb bei mehrmaligen Umfällen und Auswaschungen des Kontaktes die aus dem Reaktionswasser stammende Eisenmenge soweit im Katalysator angereichert wird, dass sie schädlich wirkt. Bei einem Versuch mit durch Ammoniak neutralisiertem Reaktionswasser aus dem das Eisen also weitgehend entfernt war, wurde ein Kontakt mit geringer Aktivität gewonnen.